

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-043482

(43)Date of publication of application : 25.02.1987

(51)Int.Cl. C09K 3/14
B24B 37/00

(21)Application number : 60-184654 (71)Applicant : SANYO CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 21.08.1985 (72)Inventor : GENJIDA FUMIHIDE
KAWAUCHI TOMIO

(54) ABRASION WORKING FLUID

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an abrasion working fluid containing a water-soluble polymeric dispersant, a permeating surfactant, water and diamond abrasive grains, having high dispersion stability, free from the precipitation of the abrasive grain with time and effective to remarkably improve the efficiency of abrasion work.

CONSTITUTION: The objective working fluid contains (A) a water-soluble polymeric dispersant [preferably polyvinyl pyrrolidone, polyethylene glycol and/or a water-soluble polymer containing, as essential constituent component, a monoethylenic unsaturated monomer having a group selected from carboxylic acid (salt) group, amino, hydroxyl, ether group, amide group and quaternary ammonium salt group], (B) a permeating surfactant (preferably sulfosuccinic acid ester salt, alkylbenzenesulfonic acid salt, etc.), (C) water and (D) diamond abrasive grains. The content of the component A in the liquid is preferably 0.1W50(wt)% and that of the component B is preferably 0.1W20%.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑫ 公開特許公報 (A)

昭62-43482

⑤ Int. Cl. 4

C 09 K 3/14
B 24 B 37/00

識別記号

庁内整理番号

X-6683-4H
H-7712-3C

⑬ 公開 昭和62年(1987)2月25日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 研磨加工液

⑯ 特 願 昭60-184654

⑰ 出 願 昭60(1985)8月21日

⑱ 発 明 者 源 氏 田 文 秀 京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋化成工業株式会
社内
⑲ 発 明 者 川 内 富 雄 京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋化成工業株式会
社内
⑳ 出 願 人 三洋化成工業株式会社 京都市東山区一橋野本町11番地の1

明 細 書

1. 発明の名称

研磨加工液

2. 特許請求の範囲

1. 水溶性高分子分散剤(A)、浸透性界面活性剤(B)、水およびダイヤモンド砥粒を含有することを特徴とする研磨加工液。

2. (B)の含有量が加工液の重量に基いて0.1~20%である特許請求の範囲第1項記載の加工液。

3. (B)がスルホコハク酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、(アルキル)ナフタリンスルホン酸塩および(アルキル)ナフタリンスルホン酸塩のホルマリン縮合物、アルキル硫酸エステル塩、脂肪酸エステル硫酸化物、ポリオキシアルキレンアルキルアリアルエーテルおよびポリオキシアルキレンアルキルエーテルからなる群より選ばれる界面活性剤である特許請求の範囲第1項または第2項記載の加工液。

4. (A)の含有量が加工液に基いて0.1~50%である特許請求の範囲第1項~第3項のいずれか一項に

記載の加工液。

5. (A)が(1)ポリビニルピロリドン、(2)ポリエチレングリコールおよび/または(3)カルボン酸(塩)基、アミノ基、水酸基、エーテル基、アミド基および第4級アンモニウム塩基からなる群より選ばれる基を含有するモノエチレン性不飽和単量体を必須構成成分とする水溶性重合体である特許請求の範囲第1項~第4項のいずれか一項に記載の加工液。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は研磨加工液に関するものである。

〔従来の技術〕

従来、研磨加工液としてグリセリンのような増粘剤を加えた水に、酸化マグネシウムなどの砥粒を混合したものがあつた(特開昭55-139479号公報)。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかしながらこのものは、砥粒が経時的に沈降しやすい、研磨材料へのぬれ性および展着性が悪

いという問題点を有している。

(問題点を解決するための手段)

本発明者らは砥粒が経時的に沈降しにくく、研磨材料へのぬれ性および展着性のよい研磨加工液を得るべく鋭意検討した結果、本発明に到達した。

本発明は、水溶性高分子分散剤(以下分散剤と略記)(A)、浸透性界面活性剤(以下浸透剤と略記)(B)、水およびダイヤモンド砥粒を含有することを特徴とする研磨加工液である。

本発明における浸透剤(B)としては下記の浸透剤があげられる。

(1)アニオン界面活性剤

アニオン界面活性剤における塩としてはアルカリ金属(ナトリウム、カリウムなど)、アンモニウムおよびアミン(アルカノールアミンたとえばモノ-,ジ-,トリ-エタノールアミンおよびプロパノールアミン)の塩があげられる。

1.スルホン酸塩

(1)スルホン酸エステル塩

ジアルキルスルホコハク酸エステル塩：アルキ

カンスルホン酸塩たとえばラウリルスルホン酸ナトリウム塩など。

2.硫酸エステル塩

(1)アルキル硫酸エステル塩

炭素数が通常6~20の直鎖および/または分岐の飽和および/または不飽和アルコールの硫酸エステル塩；具体的な化合物としてはデシルアルコール硫酸エステルナトリウム塩、ラウリルアルコール硫酸エステルナトリウム塩、セチルアルコール硫酸エステルアンモニウム塩、オキソアルコール(C₁₁~17、側鎖率50%以上)硫酸エステルアンモニウム塩など。

(2)脂肪酸エステル硫酸化物

炭素数が通常1~18のアルキルアルコールと炭素数が通常3~20の不飽和脂肪酸とのエステルの硫酸化物。たとえばオレイン酸ブチル硫酸エステルナトリウム塩など。

(2)ノニオン界面活性剤

1.ポリオキシアルキレン系非イオン界面活性剤

(1)ポリオキシアルキレンアルキルアリアルエー

ル基の炭素数は通常6~20；またアルキル基にシクロアルキル基を含む；具体的な化合物としてはジオクチルスルホコハク酸エステルナトリウム塩およびジシクロヘキシルスルホコハク酸エステルナトリウム塩など。

(2)アルキルベンゼンスルホン酸塩

炭素数が通常8~20の分岐または直鎖の1個および/または複数個のアルキル基を有するアルキルベンゼンスルホン酸塩；具体的な化合物としてはドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム塩など。

(3)(アルキル)ナフタリンスルホン酸塩および(アルキル)ナフタリンスルホン酸塩のホルマリン縮合物

ナフタリンスルホン酸または炭素数通常1~18の1個および/または複数個のアルキル基を有するナフタリンスルホン酸塩およびホルマリン縮合物；具体的な化合物としてはジブチルナフタレンスルホン酸ナトリウムなど。

(4)アルカンスルホン酸塩

炭素数が通常8~20のアルキル基を有するアル

テル

炭素数通常8~12のアルキル基を少なくとも1個有するアルキルフェノールもしくはアルキルナフトールのAO付加物(AOの付加モル数は通常2~50、好ましくは7~20)たとえばノニルフェノールEO 00、オクチルフェノールEO (8) PO (2)など(上記および以下においてAOはアルキレンオキサイド、EOはエチレンオキサイド、POはプロピレンオキサイドを示す。また()内はモル数を示す。注・オクチルフェノールEO (8) PO (2)はオクチルフェノールにEO 8モルPO 2モルをこの順に付加したものである。)

(2)ポリオキシアルキレンアルキルエーテル

脂肪族アルコール(炭素数6~20、好ましくは炭素数10~18で、直鎖、または分岐の天然または合成アルコール)のAO付加物。(AOの付加モル数は通常2~50、好ましくは2~20)たとえばオクチルアルコールEO (6)、ラウリルアルコールEO 00など。

これらの浸透剤(B)は単独でまた二種以上の組合

せで用いられる。

これらの浸透剤(B)のうちで好ましいものは、スルホコハク酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩およびポリオキシアルキレンアルキルアリールエーテルである。

本発明における分散剤(A)としては下記の分散剤があげられる。

(1) ポリビニルピロリドン

分子量が少なくとも1万、好ましくは2万～8万のもので特願昭60-22170号明細書に記載のものが使用できる。

(2) ポリエチレングリコール

分子量が通常1000～10万、好ましくは1000～2万のもので特願昭60-46963号明細書に記載のものが使用できる。

(3) カルボン酸(塩)基、アミノ基、水酸基、エーテル基、アミド基および第4級アンモニウム塩基からなる群より選ばれる基を含有するモノエチレン性不飽和単量体を必須構成成分とする水溶性重合体。

重合脂肪酸とポリアミン(ジエチレントリアミン、トリエチレントトラミン、テトラエチレンペンタミンなどのポリアルキレンポリアミンなど)とのポリアミドでアミン価が通常100～700、好ましくは200～500のものなど。

(5) ポリアミド、窒素含有有機化合物、多価アルコール等のAU付加物で水溶性のもの。

AOとしては炭素数2～4のアルキレンオキサイド(EO、PO、ブチレンオキサイドなど)があげられる。

具体的にはポリアミドのポリオキシアルキレン誘導体(特公昭51-44275号公報)、イオウ含有ポリアミドのポリオキシアルキレン誘導体(特公昭57-43199号公報)、ポリアルキレンポリアミンのポリオキシアルキレン誘導体(特公昭58-21958号公報)、アンモニア、モノアミン、酸アミドなどのポリオキシアルキレン誘導体(特開昭54-116565号公報)、少なくとも5価の多価アルコールのポリオキシアルキレン誘導体(特開昭54-105653号公報)があげられる。

特願昭60-61415号明細書に記載のものが使用できる。たとえば以下の記載の単独または共重合体があげられる。

重合体№1: アクリル酸/2-ヒドロキシエチルメタアクリレート/メチルアクリレート(73:26:1)共重合体のナトリウム塩。

重合体№2: ジメチルアミノエチルメタアクリレート重合体のプロピオン酸塩。

重合体№3: マレイン酸/アクリル酸/メチルメタアクリレート(30:60:10)共重合体のナトリウム塩。

重合体№4: アクリル酸/2-ヒドロキシエチルメタアクリレート(70:30)共重合体のトリエタノールアミン塩。

重合体№5: マレイン酸/アクリル酸/2-ヒドロキシエチルメタアクリレート(30:60:10)共重合体のトリエタノールアミン塩。

(4) 重合脂肪酸ポリアミド

分散剤(A)のうち好ましいものはポリビニルピロリドン、ポリエチレングリコールおよび(3)に記載した水溶性重合体である。

本発明におけるダイヤモンド砥粒は天然から得られたものでも、また人工的に合成されたものでもよい。その平均粒径は通常20μ以下好ましくは10μ以下である。平均粒径が20μより大きいものは、研磨所要時間は短縮されるが研磨加工面の表面粗さが大きくなり、さらに粒径を使用した加工液で再度研磨加工する必要がある。また水中に安定に分散させることが困難である。

本発明の加工液には必要により添加剤を加えることができる。このような添加剤としては防錆、防食剤たとえば有機アミン(モノエタノールアミン、トリエタノールアミン、シクロヘキシルアミン、モルホリンなど)、有機アミン誘導体(上記アミンのアルキレンオキシド付加物、脂肪酸アミドなど)、脂肪族または芳香族カルボン酸(カプリル酸、オレイン酸、ダイマー酸、アルケニルコハク酸、安息香酸など)およびこれらカルボン酸

のアルカリ金属塩、アミン塩など、PH調整剤たとえば上記アミンやアルカリ金属の水酸化物など、および消泡剤たとえばシリコン化合物やポリエーテル化合物などをあげることができる。

本発明の加工液の処方を示せば下記の通りである。

(%は加工液の重量に対する%である。)

分散剤(A) 通常 0.1~5.0% (好ましくは 1~3.0%)

浸透剤(B) 通常 0.1~2.0% (好ましくは 0.1~5%)

ダイヤモンド砥粒

通常 0.1~1.0% (好ましくは 0.2~5%)

水 通常 15~99.7% (好ましくは 57~98.6%)

添加剤 通常 0 ~ 5% (好ましくは 0.1~3%)

上記において分散剤の含有量が 0.1 より少ないとダイヤモンド砥粒を水中に安定に分散させる効果が小さくなり、また 5.0% をこえると加工液の粘度が高くなり取扱いにくい。

浸透剤の含有量が 0.1 より少ないと加工液のぬれ性、展着性が不十分でダイヤモンド砥粒を研磨加工材へ十分供給できない。また、2.0% を越えて

レス、アルミニウム、銅、ニッケルなど)、プラスチック(ナイロン、ポリアセタール、ポリカーボネート、変性ポリフエニレンオキサイドなど)、ガラスおよびこれらの複合材料(セラミックス、フェライトなど)があげられる。

このような被研磨材料は一般に従来より用いられているラッピングマシン(日本エンギス社製、スピードファム社製、ワシノ機械製、不二越機械工業製)などで研磨される。

本発明の加工液の適用法は、従来の加工液の適用法と同様でよく、たとえば研磨加工においてラッププレートに加工液を滴下またはスプレーすればよい。

(実施例)

以下実施例により本発明をさらに説明するが本発明はこれに限定されるものではない。実施例中の%は重量基準である。

実施例 1~8

本発明の加工液(実施例 1~8)を表-1の通り作成した。参考品(参考例 1~4)も表-1に

も添加しただけの効果は認められない。

ダイヤモンド砥粒の含有量が 0.1 % より少ないと研磨所要時間が長くなり、また 1.0 % をこえると被研磨材料表面の端ダレ量が大きくなり、添加しただけの効果はみられず経済的に不利である。

本発明の加工液の製造は、あらかじめ分散剤および浸透剤溶解させた水にダイヤモンド砥粒を混合して攪拌により分散させる方法でも、また、分散剤、浸透剤、水およびダイヤモンド砥粒を同時に混合して攪拌により分散させる方法でもよい。添加剤成分は分散剤によりダイヤモンド砥粒を水に分散させた後でも、またこれら 4 成分と同時に加えて溶解させてもよい。

攪拌方法としてはマグネチックスターラー、羽根式攪拌機、ホモミキサーなどを用いる方法があげられるがいずれの方法によつて攪拌してもよい。また必要に応じて攪拌時加熱をしてもよい。

本発明の加工液が用いられる被研磨材料としては、セラミックス(珪石系、アルミナ系、炭化ケイ素系、窒化ケイ素系など)、金属(銅、ステン

示す。

表 - 1

		水	*1 砥粒	分散剤*2			浸透剤*3			防汚剤
				I	II	III	I	II	III	
実施例	1	95.5%	1	2.5	0	0	1	0	0	0
	2	95.0%	1	2.5	0	0	0.5	0	0	1
	3	94.5%	1	2.5	0	0	1	0	0	1
	4	90.5%	1	2.5	0	0	5	0	0	1
	5	94.5%	1	2.5	0	0	0	1	0	1
	6	94.5%	1	2.5	0	0	0	0	1	1
	7	94.5%	1	0	2.5	0	1	0	0	1
	8	91.0%	1	0	0	6.0	1	0	0	1
参考例	1	96.5%	1	2.5	0	0	0	0	0	0
	2	95.5%	1	2.5	0	0	0	0	0	1
	3	95.5%	1	0	2.5	0	0	0	0	1
	4	92.0%	1	0	0	6.0	0	0	0	1

*1 砥粒 : ダイヤモンド砥粒(平均粒径 0.5 μ)

*2 分散剤 I : ポリビニルピロリドン(和光純薬工業製化粧品用 K-30)

II : ポリエチレングリコール(三洋化成工業製 PEG 4000(平均分子量 4000))

Ⅲ：重合体№1（約40%水溶液）

（注・重合体№1は前記分散剤Ⅳ

の項で説明した。）

*3 浸透剤Ⅰ：ジオクチルスルホコハク酸エステルナトリウム塩

Ⅱ：ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム塩

Ⅲ：ノニルフェノールEO00

本発明の加工液（実施例1～8）および比較品として市販の加工液（比較例1～3）を用いて行った経時安定性結果を表-2に示す。

なお比較例1および2は、いずれも平均粒径0.5 μ のダイヤモンド砥粒を1%含有する水を分散媒とした加工液である。比較例3は特開昭55-139479号公報の発明の詳細な説明に記載されている加工液の組成（粒径0.08～0.1 μ の酸化マグネシウムをグリセリンと水の混合液に加えたもの）に準じて、酸化マグネシウムの代りに平均粒径0.1 μ のダイヤモンド砥粒を使用し、ダイヤモンド砥粒1.0%、グリセリン2.5%および水96.5%の割合

3に示す。

表-3

項 目	実 施 例								参 考 例			
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4
接 触 角 ^{*4(°)}	17	17	15	10	17	17	15	15	75	20	20	20
ひろがり性 ^{*5(%)}	2.3	2.2	2.5	3.5	2.3	2.3	2.5	2.5	0.9	1.5	1.5	1.5
流 れ 性 ^{*6(%)}	7.5	7	8	10	7.5	7.5	8	8	0	3.5	4	3.5

*4 接触角は銅板に対する加工液の接触角を示す。

*5 ひろがり性は水平な銅板上に加工液を0.1ml滴下したときの加工液の銅板上での直径を示す。

*6 流れ性は銅板を水平より30°傾け、その上方から加工液を0.1ml滴下したとき、加工液が銅板上を流れる距離を示す。

（注・この実験で用いた銅板はJIS H3100に規定された材質C1100Pのもの。）

表-3の結果から本発明の加工液は研磨材料へのぬれ性および展着性が極めて良好であることがわかる。

で混合したものである。

表-2

静置時間	実 施 例								比 較 例		
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3
0 時間	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
1	○	○	○	○	○	○	○	○	△	×	×
2	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×
5	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×
10	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×

経時安定性試験は各加工液を室温で静置し分散状態を肉眼で観察した。なお、表-2中の記号は次の通りである。

○：均一に分散

△：やや分離

×：分離

表-2の結果から本発明の加工液は分散安定性が極めて良好であることがわかる。

本発明の加工液および参考品（参考例1～4）の研磨材料へのぬれ性および展着性について表-

（発明の効果）

本発明の加工液は下記の効果奏する。

(1) 加工液の分散安定性がよく、経時的に砥粒が沈降しにくい。この結果一定量のダイヤモンド砥粒を被研磨材に安定に供給できるため作業性が向上する。さらに砥粒が経時的に沈降しにくいいため、砥粒の含有量が少ない加工液が被研磨材料に供給され研磨所要時間が長くなったりすることがなく、加工液を供給する前にあらかじめ攪拌混合する必要もなく、作業性を著しく改善させる。

(2) 研磨材料へのぬれ性および展着性に極めて優れるため使用する加工液が少なく済み、経済的に優位である。

(3) 分散剤の含有量および分子量を変えることにより低粘度の加工液から高粘度の加工液まで目的にあわせたものを使用できる。

(4) 高品質、高精度の研磨加工面を得ることができる。

(5) 水を分散媒にしているため火災の危険性が低い。

手続補正書

昭和60年8月29日

特許庁長官 宇賀 道 郎 殿

1. 事件の表示

60-18445 Y

昭和60年8月21日提出の特許願

2. 発明の名称

研磨加工液

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 京都市東山区一橋野本町11番地の1

名称 (228) 三洋化成工業株式会社

代表者 前田 常一

4. 補正命令の日付

自 発

5. 補正により増加する発明の数

0

6. 補正の対象

明細書の発明の名称、特許請求の範囲および発明の詳細な説明の各欄

7. 補正の内容

別紙の通り。

方式
審査

英代

60.8.31

(1) 明細書第1頁の発明の名称の欄の「研摩加工液」を「研磨加工液」に訂正する。

(2) 同書第1～第2頁の特許請求の範囲を

1. 水溶性高分子分散剤(A)、浸透性界面活性剤(B)、水およびダイヤモンド砥粒を含む有することを特徴とする研磨加工液。

2. (B)の含有量が加工液の重量に基いて0.1～20%である特許請求の範囲第1項記載の加工液。

3. (B)がスルホコハク酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、(アルキル)ナフタリンスルホン酸塩および(アルキル)ナフタリンスルホン酸塩のホルマリン縮合物、アルカンスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、脂肪酸エステル硫酸化物、ポリオキシアルキレンアルキルアリアルエーテルおよびポリオキシアルキレンアルキルエーテルからなる群より選ばれる界面活性剤である特許請求の範囲第1項または第2項記載の加工液。

4. (A)の含有量が加工液の重量に基いて

0.1～50%である特許請求の範囲第1項～第3項のいずれか一項に記載の液の加工液。

5. (A)が(1)ポリビニルピロリドン、(2)ポリエチレングリコールおよび/または(3)カルボン酸(塩)基、アミノ基、水酸基、エーテル基、アミド基および第4級アンモニウム塩基からなる群より選ばれる基を含有するモノエチレン性不飽和単量体を必須構成成分とする水溶性重合体である特許請求の範囲第1項～第4項のいずれか一項に記載の液の加工液。」

と訂正する。

(3) 下記の箇所の「研摩」を「研磨」に訂正する。

頁	2	2	2	3	3	3	16	17	18	18
行	12	14	20	3～4	4	9	20	18	5	7

頁	18	18
行	8	11